

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :  
(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

FR  
**2 249 704**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 73 39233**

(54) **Système de mélange de fluides.**

(51) Classification internationale (Int. Cl.<sup>2</sup>). **B 01 F 3/08, 5/10; F 15 D 1/04; G 01 N 1/18.**

(22) Date de dépôt ..... **5 novembre 1973, à 15 h 59 mn.**

(33) (32) (31) **Priorité revendiquée :**

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande ..... **B.O.P.I. — «Listes» n. 22 du 30-5-1975.**

(71) **Déposant : KLOSSE Jan Arie et KLOSSE Klaas, résidant aux Pays-Bas.**

(72) **Invention de :**

(73) **Titulaire : Idem (71)**

(74) **Mandataire : Cabinet Beau de Loménie, 55, rue d'Amsterdam, 75008 Paris.**

La présente invention concerne un procédé et un appareillage de mélange de charges de fluides au cours de leur déplacement, utilisables en particulier dans un système d'analyse à écoulement continu, selon lequel les charges peuvent être séparées par des bulles d'air.

5 En 1957, la Technicon Corporation a présenté un système d'analyse à écoulement continu dans lequel un courant de produit est divisé par des bulles d'air en segments dans lesquels se produisent des réactions chimiques. Dans ce système, les courants continus de produit contenant des échantillons, des réactifs, etc., sont réunis et mélangés au cours de leur trans-  
10 port dans des serpentins de mélange. Le courant s'écoulant en continu passe par l'intermédiaire d'un système de tubes, d'un appareil à un autre, chaque appareil possédant une fonction analytique différente, telle que purification, chauffage, incubation, dosage qualitatif et enregistrement.

Un principe essentiel de ce système d'analyse est l'intro-  
15 duction de bulles d'air dans le courant liquide. Ces bulles d'air forment des barrières entre les segments pendant leur écoulement dans le système, évitant ainsi une inter-contamination, elles nettoient le système car elles glissent le long des parois des conduites et facilitent également le mélange des courants combinés de produit dans les serpentins de mélange.

20 Dans cette technique d'analyse, il est nécessaire de mélanger intimement les courants de produit contenant des échantillons, des réactifs et analogues, et qui sont habituellement des liquides. On a jusqu'à présent réalisé le mélange par écoulement des courants combinés à travers un serpentín de mélange en verre disposé horizontalement, en pensant que le mélange  
25 pouvait être réalisé par les inversions répétées des segments liquides séparés par des bulles d'air (voir la brochure de la Technicon Corporation intitulée "Automation in the Clinical Laboratory" (1957), page 7, lignes 28-29).

Le serpentín de mélange en verre proposé par la Technicon Corporation doit avoir un nombre d'enroulements suffisant pour assurer un  
30 mélange approprié. La longueur de trajet importante de tubes de mélange qui en résulte nécessairement est un inconvénient de cette technique, car l'interaction entre le liquide et la paroi du tube provoque un transfert de liquide d'un segment à l'autre. On a alors des inconvénients tels que par exemple résidu, inter-contamination et capacité de séparation médiocre.

35 Un autre inconvénient est que la fabrication du tube de mélange en forme de serpentín à partir de matières plastiques inertes, par exemple de polytétrafluoroéthylène, conduit à un mélange moins efficace.

L'invention a pour objet un procédé de mélange de charges de fluides pendant leur déplacement, permettant d'éviter ces inconvénients mentionnés plus haut.

L'invention a également pour objet un procédé de mélange intime de charges de fluides au cours de leur déplacement dans un système d'analyse à écoulement continu selon lequel on utilise une longueur relativement réduite de tubes, ce qui permet de diminuer le temps d'analyse et les quantités de produit et de réactifs nécessaires également.

L'invention a également pour objet un appareillage permettant la mise en oeuvre de ce procédé.

Selon l'un des aspects de l'invention, on fournit un procédé de mélange de composants fluides au cours de leur déplacement dans un tube, selon lequel on provoque des perturbations contrôlées continues de l'écoulement de ces fluides pendant leur passage dans le tube.

L'invention concerne par ailleurs un tube de mélange utilisable pour le mélange de composants fluides, ce tube possédant une paroi interne dont la surface est munie de profils radiaux.

Selon un mode de mise en oeuvre préféré, le tube de mélange selon l'invention est muni d'un filet de vis interne. Pour obtenir un mélange satisfaisant, le pas et la hauteur du filet doivent satisfaire à un rapport donné avec le diamètre du tube, c'est-à-dire qu'ils doivent être respectivement de 0,25 à 0,75 environ et de préférence 0,4 à 0,6 fois environ le diamètre du tube et de 0,5 à 1,5 environ et de préférence environ 0,9 à 1,1 fois environ le diamètre du tube. Il est évident que pour ce problème les rapports seront déterminés en partie par les caractéristiques du liquide et de la paroi du tube.

Pour l'utilisation dans un système d'analyse, il est important que les angles formés entre le profil et la surface intérieure du tube soient uniformément arrondis afin d'éviter que du produit en cours d'analyse reste derrière ces "angles morts" possibles, ce qui tend à provoquer la formation d'un résidu et une inter-contamination. De même, on doit éviter les turbulences en adaptant le diamètre du tube à la quantité de produit à traiter.

Le tube de mélange selon l'invention peut être réalisé en totalité ou en partie dans une matière plastique synthétique et on peut obtenir les profilés dans le tube par diverses techniques.

Selon un mode de réalisation, le tube de mélange selon l'invention est en verre et possède un fil de Kovar recouvert d'un émail vitreux.

fixé sur sa surface intérieure (le Kovar est un nom de marque de la Westinghouse utilisé pour désigner certains alliages de cobalt, nickel et fer).

L'utilisation du tube mélangeur selon l'invention permet d'obtenir un excellent mélange, pratiquement transversal. Les composants fluides sont mélangés dans de petites unités de volume, et il n'est plus strictement nécessaire d'introduire des bulles d'air dans un échantillon, car la formation de résidu et l'inter-contamination sont considérablement réduites et on obtient une séparation meilleure en comparaison avec la technique antérieure.

Un autre avantage capital par rapport au serpentin de mélange de la technique antérieure est que la longueur de trajet que le liquide doit effectuer dans le tube de mélange est diminuée par un facteur 20 environ, ce qui permet d'obtenir les avantages supplémentaires suivants.

La longueur de trajet nécessaire à l'analyse considérablement réduite diminue le temps d'analyse ce qui est important pour les dosages in situ et pour le développement des appareillages d'analyse d'enzymes. En outre, il est nécessaire d'utiliser une quantité moindre de produit et de réactifs, ce qui est important pour la micro-analyse.

Le tube mélangeur selon l'invention possède un rapport signal-bruit plus favorable, ce qui permet une meilleure sensibilité. La conséquence en est que l'on atteint plus rapidement une ligne de base stable. En outre, le tube mélangeur est plus facile à manipuler, moins fragile et plus petit, ce qui ouvre des possibilités de miniaturisation des systèmes d'analyse existants.

L'invention sera mieux comprise à la description qui va suivre de plusieurs exemples de réalisation et en se référant aux dessins annexés sur lesquels :

- les figures 1, 10, 15, 22, 29 et 36 représentent schématiquement des dispositifs d'essais utilisés pour comparer les performances d'un tube de mélange selon l'invention et d'un serpentin de mélange de la technique antérieure ;

- les figures 2-9, 11-14, 16-21, 23-28, 30-35 et 37-42 sont les reproductions des résultats graphiques des essais réalisés avec les dispositifs des figures 1, 10, 15, 22, 29 et 36 ;

- la figure 43 est un agrandissement d'une vue schématique en section d'un mode de mise en oeuvre d'un tube de mélange selon l'invention

donné à titre d'illustration.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans toutefois en limiter la portée.

EXEMPLE 1.-

5 Mélange de liquides de densités et viscosités égales et inégales.

Pour comparer de façon appropriée la capacité de mélange d'un tube selon l'invention (en abrégé MT) et d'un serpentín de la technique antérieure (en abrégé MS), on utilise un dispositif de mesure tel que représenté schématiquement dans la figure 1. Comme on peut le constater,

10 ce dispositif comprend :

une pompe d'usage 1 munie de deux tubes flexibles a et b dont les diamètres intérieurs sont égaux chacun à 1,143 mm. Avec un tel diamètre, la vitesse de déplacement du liquide est de 0,80 ml/mn,

15 un tube de mélange 2 (MT, longueur 4,5 cm) ou un serpentín de mélange 2 (MS, longueur 70 cm),

un colorimètre 3, utilisant une cuvette de 15 mm et une longueur d'onde 660 nm, et

un enregistreur 4 enregistrant l'extinction sur un papier logarithmique se déplaçant à la vitesse de 43,7 cm/h.

20 Essai 1

Mélange de liquides de densités différentes

On mélange à l'aide du tube de mélange (MT) puis, à titre de comparaison, à l'aide du serpentín de mélange (MS) une solution de 1 ml de bleu de thymol (0,1 g/50 ml ; KOH 0,1 N) dans 500 ml de KOH 0,001 N

25 pompée par le tube a et différentes solutions de NaCl dans de l'eau distillée à 0 M, 0,1 M, 0,5 M, 2,0 M et 5,0 M, respectivement, pompées par le tube b.

Les extinctions mesurées sont représentées dans les figures 2 à 6 annexées, le bruit provoqué par les perturbations dues aux différences de densité optique représentant une mesure de la capacité de mélange du tube de mélange et du serpentín de mélange respectivement. Dans ces figures, et dans les figures de ce type mentionnées ci-après, on désigne par les lettres A, B, etc. les différentes portions de courbe correspondant à des paramètres opératoires particuliers, par exemple aux différentes concentrations des fluides mélangés et aux différents dispositifs de mélange utilisés, à

35 savoir tube ou serpentín.

TABLEAU

Figures	Partie	Concentration de la solution mélangée de NaCl. (moles)	Dispositif de mélange utilisé
5	2 A	0	MT
	3 A	0	MS
	2 B	0,1	MT
	3 B	0,1	MS
	2 C	0,5	MT
10	4 A	0,5	MS
	5 A	2,0	MT
	4 B	2,0	MS
	5 B	5,0	MT
	6	5,0	MS

15 D'après le bruit apparaissant dans les figures 2, 3 et 4 (A) on peut constater que pour les solutions de NaCl mélangées de concentration 0-0,5 M, la capacité de mélange du tube correspond à celle du serpentín.

D'après le bruit apparaissant dans les figures 4 (B), 5 et 6, on peut constater que lorsqu'on mélange la solution de NaCl de concentration 20 2 M, la capacité de mélange du tube est légèrement supérieure et que lorsque l'on mélange la solution de NaCl 5 M la capacité de mélange du tube est nettement supérieure à celle du serpentín.

A ce sujet, on doit à nouveau remarquer que le rapport entre la longueur du trajet dans le tube et la longueur du trajet dans le serpentín 25 est de 4,5/70.

#### Essai 2

#### Mélange de liquides de densités différentes et de viscosités très différentes à extrêmement différentes à 20°C

On mélange à l'aide d'un tube selon l'invention puis, à titre 30 de comparaison, à l'aide d'un serpentín, de l'eau distillée (densité 1 ; viscosité 1), pompée par le tube flexible a, avec de l'éthanedíol-1,2 (densité 1,12 ; viscosité 19,9) pompé par le tube flexible b.

D'après les résultats apparaissant sur les figures 7 (tube de mélange) et 8 (serpentín de mélange) et en particulier d'après le bruit, 35 on peut constater que les fluides de viscosités différentes sont considérablement mieux mélangés dans le tube que dans le serpentín.

On obtient un meilleur mélange bien que la longueur du trajet

soit réduite de 70 à 4,5 cm.

### Essai 3

- On mélange, à l'aide d'un tube ayant une longueur de 9,5 cm, de l'eau distillée (densité 1 ; viscosité 1) pompée par le tube flexible a avec du propanetriol-1,2,3 (densité 1,26 ; viscosité 1499) pompé par le tube flexible b. On répète ensuite l'essai de mélange en utilisant un serpentin à la place du tube.

- D'après les résultats de la figure 9 (essai avec le tube) et en particulier d'après le bruit apparaissant sur cette figure, on peut constater que le mélange de fluides présentant des viscosités extrêmement différentes est tout à fait possible à l'aide du tube selon l'invention.

Lorsque l'on utilise un serpentin de mélange, on constate que les fluides restent séparés.

### EXEMPLE 2.-

- 15 Mélange de deux fluides pour une analyse à écoulement en continu, comparaison des caractéristiques de mélange d'un tube selon l'invention et d'un serpentin.

On utilise le dispositif d'essai représenté schématiquement dans la figure 10. Ce dispositif comporte :

- une pompe d o s e u s e 1 comportant deux tubes flexibles
- 20 dont les diamètres intérieurs sont égaux chacun à 1,143 mm. Le diamètre correspond à une vitesse de transfert du fluide de 0,80 ml/mn,
- un tube de mélange 2 (MT, longueur 4,5 cm) ou un serpentin de mélange 2 (MS, longueur 70 cm),
- un colorimètre 3 utilisant une longueur d'onde de 660 nm
- 25 et une cuvette de 15 mm, et
- un enregistreur 4 permettant d'enregistrer l'extinction sur un papier logarithmique se déplaçant à une vitesse de 45,7 cm/h.

- On mélange dans ce dispositif, à l'aide du tube de mélange, une solution colorée de 1 ml de bleu de thymol (0,1 g/50 ml ; KOH 0,1 N)
- 30 avec une solution incolore d'acide chlorhydrique 0,001 N. On répète ensuite l'essai en utilisant à titre de comparaison un serpentin de mélange.

### Essai 1

- La solution incolore pompée par l'un des tubes flexibles est mélangée avec l'eau distillée pompée par l'autre tube flexible, le signal
- 35 résultant formant la ligne de base. Ensuite, au lieu de pomper de l'eau distillée, on pompe la solution colorée. Le signal s'élève jusqu'à un état stable particulier,

après quoi, au lieu de pomper la solution colorée on pompe à nouveau de l'eau distillée. Le signal retombe sur la ligne de base.

La courbe d'extinction obtenue à l'aide du tube de mélange est représentée dans la figure 11 et la courbe obtenue à l'aide du serpentín dans la figure 12.

Dans les conditions pour lesquelles on obtient l'état stable, on peut constater, d'après les figures 11 et 12, qu'on obtient, à l'aide du tube de mélange, un signal plus stable, il apparaît également d'après ces figures que le temps nécessaire pour atteindre l'état stable à partir de la ligne de base et ensuite la ligne de base à partir de cet état stable est beaucoup plus court lorsque l'on utilise le tube de mélange, par rapport au temps nécessaire avec un serpentín. Ce temps est déterminé par la quantité de résidu.

Par suite, lorsque l'on utilise le tube de mélange, on observe la formation d'une quantité considérablement moindre de résidu que lorsque l'on utilise le serpentín.

#### Essai 2

On mélange la solution chlorhydrique incolore avec l'eau distillée, le signal obtenu formant la ligne de base. Puis, au lieu de l'eau distillée, on pompe la solution colorée pendant 30 s. Le signal s'élève jusqu'à une valeur particulière inférieure au niveau du signal à l'état stable. Ensuite, au lieu de pomper la solution colorée on pompe à nouveau l'eau distillée pendant 30 s. Le signal descend jusqu'à une valeur particulière supérieure au niveau de la ligne de base.

En répétant cet essai, on forme un diagramme de pics et vallées.

La figure 13 représente l'extinction obtenue par mélange à l'aide du serpentín, la figure 14 (A) représente l'extinction obtenue par mélange à l'aide du tube et la figure 14 (B) représente l'état stable correspondant.

Comme on peut le constater d'après les figures 13 et 14 (A), la formation de résidu qui se produit au cours de l'essai 1 influence la possibilité de distinction des échantillons. Lorsque l'on utilise le serpentín, les niveaux des pics 1, 2, 3 et 4 (figure 13) diffèrent fortement. Par contre, lorsque l'on utilise le tube, il apparaît que seul le niveau du premier pic 1 est légèrement inférieur au niveau des pics 2, 3 et 4 (figure 14 (A)). En outre la différence de niveau entre les pics et les vallées est largement supérieure lorsque l'on utilise le tube de mélange.



Par conséquent, le tube de mélange a une capacité de séparation bien supérieure à celle du serpentin.

### EXEMPLE 3.-

#### Mélange pour le dosage de phosphate.

- 5 L'analyse est basée sur la formation d'un complexe de phosphomolybdate par addition d'orthophosphate à l'acide molybdique. Ce complexe est ensuite réduit, par un mélange d'acide ascorbique (vitamine C), acétone et eau, en bleu de molybdène (absorption à 660 nm).

#### Références bibliographiques :

- 10 - Strickland, J.D.H., Parsons T.R.,  
A practical Handbook of Seawater Analysis, Bull 167, Fish Res. Bd. Canada, 1968.  
- Bradshaw J.S., Spanis C.W.,  
Advances in automated Analysis, Thurman Ass. 1971, pp. 17.

On utilise les réactifs suivants :

- 15 Solution d'acide molybdique : on dissout 8,5 g de molybdate d'ammonium (Merck) dans 250 ml d'eau distillée. Puis on ajoute 100 ml de  $H_2SO_4$  concentré, on refroidit et on complète à 1000 ml à l'aide d'eau distillée.

- Solution d'acide ascorbique (vitamine C) : on dissout 5 g d'acide ascorbique (Baker Chemicals) dans 125 ml d'acétone. Puis on  
20 complète le volume à 250 ml à l'aide d'eau distillée.

Avant utilisation, on amène à 100 ml, 20 ml de cette solution de départ.

Solution de phosphate : On dissout 0,068 g de  $KH_2PO_4$  (Baker Chemicals) dans 1000 ml d'eau distillée.

- 25 Les dispositifs utilisés sont schématiquement représentés dans les figures 15 et 22 et se composent d'une pompe doseuse munie de tubes flexibles dont les diamètres intérieurs (DI) sont indiqués ci-dessous. Les volumes pompés correspondant aux différents diamètres intérieurs sont comme suit :

30	Produit pompé	DI en mm	Débit en ml/mn
	air	1,143	0,80
	phosphate	1,422	1,20
	molybdate	0,762	0,32
	vitamine C	0,762	0,32
35	rejet	1,422	1,20

Le dispositif comprend également un tube de mélange 2 (MI) selon l'invention long de 4,5 cm et, à titre de comparaison, un serpentín de mélange (MS) long de 70 cm,

un colorimètre 3 utilisant une longueur d'onde de 660 nm  
5 et une cuvette de 15 mm, et

un enregistreur 4 permettant d'enregistrer l'extinction mesurée sur un papier logarithmique se déplaçant à une vitesse de 45,7 cm/h.  
Essais au cours desquels le courant fluide est divisé en segments par introduction d'air (figure 15).

10 Essai 1

On pompe d'abord comme échantillon les réactifs et l'eau distillée. Le signal obtenu forme la ligne de base. On pompe ensuite comme échantillon la solution de phosphate, ce qui fait passer le signal à l'état stable. Puis on pompe à nouveau comme échantillon l'eau distillée, ce qui  
15 fait revenir le signal sur la ligne de base.

La figure 16 montre les résultats obtenus à l'aide du serpentín de mélange et la figure 17 représente les résultats obtenus à l'aide du tube de mélange. Il apparaît d'après ces figures que l'on obtient grâce au tube de mélange un signal légèrement plus stable qu'avec le serpentín.  
20 La capacité de mélange du tube est par conséquent légèrement supérieure à celle du serpentín alors que sa longueur est égale au quatorzième de celui-ci. Les résidus sont comparables.

Essai 2

On pompe d'abord les réactifs et l'eau distillée comme  
25 échantillon. Le signal obtenu forme la ligne de base. On pompe ensuite la solution de phosphate comme échantillon pendant 60 s, ce qui fait passer le signal jusqu'à un niveau particulier (plus bas que celui correspondant à l'état stable). On pompe ensuite à nouveau l'eau distillée comme échantillon, ce qui fait baisser le signal jusqu'à une valeur particulière (supérieure  
30 au niveau de la ligne de base). En répétant ces essais on obtient une série de pics et vallées pour le serpentín de mélange (voir figure 18) et pour le tube de mélange (voir figure 19).

Les caractéristiques de mélange du tube et du serpentín sont comparables, mais leurs longueurs diffèrent dans une large mesure.

35 Essai 3

Cet essai est analogue à l'essai 2, mais le pompage des échantillons se fait pendant 30 s et non pas pendant 60 s.

Les résultats obtenus avec le serpentin de mélange sont représentés dans la figure 20 et ceux obtenus avec le tube dans la figure 21. Les caractéristiques de mélange du serpentin et du tube sont pratiquement identiques.

5 Essais pour lesquels le courant fluide n'est pas divisé en segments par de l'air (figure 22)

Les essais sont tous analogues aux essais 1 à 3 ci-dessus, mais ne comportent pas de pompage d'air.

Essai 4

- 10 On opère comme pour l'essai 1. Les résultats obtenus avec le serpentin sont donnés dans la figure 23 et ceux obtenus avec le tube dans la figure 24. Il apparaît d'après ces figures que le tube de mélange produit un bruit légèrement inférieur à celui produit par le serpentin, dans les conditions pour lesquelles on obtient l'état stable. Le temps  
15 nécessaire pour atteindre cet état stable à partir de la ligne de base et la ligne de base à partir de cet état stable est plus court lorsque l'on utilise le tube de mélange. Ce temps est déterminé par l'importance du résidu, de sorte qu'il apparaît que le mélange réalisé avec le tube provoque une formation de résidu considérablement inférieure à celui réalisé avec le  
20 serpentin.

Essai 5

- On opère comme pour l'essai 2. Les résultats obtenus avec le serpentin sont donnés dans la figure 25 et ceux obtenus avec le tube dans la figure 26. Il apparaît d'après ces figures que le résidu trouvé  
25 pour l'essai 4 se manifeste dans ce cas par son influence sur la possibilité de distinction des échantillons. Les différences de niveau entre les pics et les vallées sont bien supérieures lorsque l'on utilise le tube de mélange. Ce tube a par conséquent une capacité de séparation largement supérieure à celle du serpentin.

30 Essai 6

- On opère comme dans l'essai 3, on donne dans la figure 27 les résultats obtenus avec le serpentin de mélange et dans la figure 28 ceux obtenus avec le tube de mélange. La figure 27 a été obtenue à partir de quatre échantillons séparés par un lavage. Il apparaît que les échantillons  
35 séparés ne peuvent plus être distingués.

Dans la figure 28, qui est analogue à la figure 27, les échantillons peuvent être distingués.

En résumé on peut dire qu'en utilisant le tube de mélange on obtient un meilleur résultat.

EXEMPLE 4.-Mélange pour le dosage de l'hémoglobine dans le sang.

Dans cette série d'essais, on soumet les érythrocytes du sang à une lyse, puis on oxyde l'hémoglobine libérée par le cyanure ferrique de potassium à un pH de 7,0-7,4 pour obtenir l'hémiglobine. On transforme  
 5 cette hémiglobine en cyano-hémiglobine stable à l'aide de cyanure de potassium. On détermine par colorimétrie à 540 nm l'extinction de la solution résultante.

Référence bibliographiques :

Henry, R.J. ; Clinical Chemistry,  
 10 Harper & Row, Publishers 742 (1964).

On utilise les réactifs suivants : 200 mg de  $K_3Fe(CN)_6$  (Merck), 50 mg de KCN (B.D.H.), 140 mg de  $KH_2PO_4$  (Baker Chemicals) et 0,5 ml de Stérox-SE (Lamers & Indemans) en solution dans 1000 ml d'eau distillée. On recueille 420 ml de sang veineux (groupe A positif) dans des  
 15 conditions stériles et apyrogènes que l'on introduit dans 80 ml d'une solution contenant 2,7 % de citrate disodique et 2,3 % de glucose.

On dilue 25 fois la suspension de sang ainsi obtenue à l'aide d'une solution de sérum physiologique (0,9 % de NaCl), la suspension diluée permettant une mesure appropriée de la concentration en hémoglobine.

20 Le dispositif d'essai représenté schématiquement dans les figures 29 et 36 est constitué d'une pompe doseuse 1 munie de tuyaux flexibles dont les diamètres intérieurs (DI) sont donnés ci-dessous. Les volumes pompés correspondant à ces diamètres sont comme suit :

	<u>Produit pompé</u>	<u>DI en mm</u>	<u>Débits en ml/mn</u>
25	cyanure	1,422	1,20
	sang	0,508	0,16
	air	0,762	0,32

Le dispositif comprend également un tube de mélange 2 (MT, longueur 4,5 cm) ou un serpentín de mélange 2 (MS, longueur 70 cm),  
 30 un colorimètre 3 utilisant une longueur d'onde de 540 nm et une cuvette de longueur 15 mm, et

un enregistreur 4 permettant d'enregistrer l'extinction mesurée sur un papier logarithmique se déplaçant à une vitesse de 45,7 cm/h.

Essais au cours desquels le courant fluide est divisé en segments par de  
 35 l'air (figure 29)

Essai 1

On pompe d'abord comme échantillon les réactifs et l'eau distillée. Le signal obtenu forme la ligne de base. On pompe ensuite comme

échantillon le sang, ce qui fait passer le signal jusqu'à un niveau particulier, c'est-à-dire celui correspondant à l'état stable, et ensuite on pompe à nouveau comme échantillon l'eau distillée, ce qui fait revenir le signal sur la ligne de base.

5 La figure 30 représente les résultats obtenus avec le serpentín et la figure 31 ceux obtenus avec le tube. Il apparaît d'après ces figures que le tube de mélange permet d'obtenir un signal légèrement plus stable que celui obtenu avec le serpentín. Par conséquent, le tube possède une capacité de mélange légèrement supérieure pour une longueur représentant  
10 le quatorzième seulement de la longueur du serpentín.

#### Essai 2

On pompe d'abord comme échantillon les réactifs et l'eau distillée. Le signal obtenu forme la ligne de base. On pompe ensuite le sang comme échantillon pendant 60s, ce qui fait passer le signal jusqu'à un  
15 niveau particulier (inférieur à celui de l'état stable), puis on pompe à nouveau l'eau. Le signal descend alors jusqu'à un niveau particulier (supérieur à celui de la ligne de base). En répétant cet essai, on forme une série de pics et de vallées.

La figure 32 montre les résultats obtenus avec le serpentín  
20 de mélange et la figure 33 ceux obtenus avec le tube. Il apparaît d'après ces figures que le pouvoir séparateur du tube de mélange est supérieur à celui du serpentín.

#### Essai 3

On opère comme dans l'essai 2, mais en pompant les échantillons  
25 pendant 30 s et non plus pendant 60 s.

La figure 34 représente les résultats obtenus avec le serpentín tandis que la figure 35 représente ceux obtenus avec le tube. Il apparaît d'après ces figures que les caractéristiques de mélange du tube sont bien supérieures à celles du serpentín. La différence de niveau entre  
30 les pics et les vallées est beaucoup plus importante pour le tube que pour le serpentín.

En outre, l'inter-contamination est plus forte lorsque l'on utilise le serpentín de mélange que lorsque l'on utilise le tube.

Essais au cours desquels le courant fluide n'est pas divisé en segments par  
35 de l'air (figure 36)

Tous les essais sont analogues aux essais 1 à 3 ci-dessus, mais sans pompage d'air.

Essai 4

On opère comme dans l'essai 1. La figure 37 représente les résultats obtenus avec le serpentín et la figure 38 ceux obtenus avec le tube. Il apparaît d'après ces figures que le tube de mélange produit un peu plus de bruit que le serpentín dans les conditions pour lesquelles on obtient l'état stable. Le temps nécessaire pour obtenir l'état stable à partir de la ligne de base et la ligne de base à partir de cet état stable est beaucoup plus court lorsque l'on utilise le tube de mélange par rapport à ce qu'on observe lorsque l'on utilise le serpentín. Par conséquent, il se forme considérablement moins de résidu dans le tube de mélange que dans le serpentín.

Essai 5

On opère comme pour l'essai 2. La figure 39 montre les résultats obtenus avec le serpentín de mélange et la figure 40 ceux obtenus avec le tube. La différence de niveau entre les pics et les vallées est beaucoup plus importante pour le tube de mélange que pour le serpentín. Le tube a par conséquent un pouvoir séparateur bien supérieur à celui du serpentín.

Essai 6

On opère comme pour l'essai 3. La figure 41 montre les résultats obtenus avec le serpentín et la figure 42 ceux obtenus avec le tube.

La figure 41 est obtenue à partir de quatre échantillons séparés par un lavage. On ne peut plus observer d'échantillons séparés.

La figure 42 est obtenue de la même façon que la figure 41. Dans ce cas il est possible de distinguer les échantillons séparés.

En résumé, on peut dire que le tube de mélange permet d'obtenir de meilleurs résultats en pratique, bien que la longueur du trajet soit réduite de 70 à 4,5 cm.

La figure 43 annexée représente un tube de mélange selon l'invention constitué d'un tube de verre 5 dont la surface intérieure est profilée à l'aide d'un fil de Kovar 6 recouvert d'un émail vitreux et disposée en hélice, ce fil étant fixé sur le tube par un émail vitreux 7, appliqué pour former des surfaces arrondies 8.

Dans cet exemple la hauteur  $h$  du profil, c'est-à-dire l'épaisseur du fil de Kovar revêtu 6 est égale à la moitié du diamètre  $d$  du tube 5. Le pas  $p$  de l'hélice est égal au diamètre  $d$ .

Bien entendu, on peut utiliser tous autres dispositifs pour former des profils à la surface intérieure du tube de mélange et la réalisation donnée ci-dessus est uniquement illustrative et ne limite en rien l'invention.

## R E V E N D I C A T I O N S

1. Procédé de mélange de composants fluides pendant leur déplacement à travers un tube, caractérisé en ce qu'on provoque une perturbation contrôlée continue de l'écoulement de ces composants pendant leur passage à travers ledit tube.
2. Procédé de mélange de composants fluides, caractérisé en ce qu'on fait passer ces composants à travers un tube dont la surface intérieure présente un pas de vis dont la hauteur de filet représente entre 0,25 et 0,75 fois environ le diamètre du tube et le pas 0,5 à 1,5 fois environ le diamètre du tube.
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que la hauteur du filet représente 0,4 à 0,6 fois environ le diamètre du tube et le pas représente 0,9 à 1,1 fois environ le diamètre du tube.
4. Procédé d'analyse à écoulement continu selon lequel on fait passer des échantillons successifs de fluides séparés par des bulles de gaz inerte dans une série d'appareillages d'essais, caractérisé en ce qu'on mélange successivement ces échantillons avec des portions d'au moins un courant d'un autre fluide par passage des composants fluides à travers un tube dont la surface intérieure présente un pas de vis dont la hauteur du filet est comprise entre 0,25 et 0,75 fois environ le diamètre du tube et le pas entre 0,5 et 1,5 fois environ le diamètre du tube.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la hauteur du filet représente 0,4 à 0,6 fois environ le diamètre du tube et le pas représente 0,9 à 1,1 fois environ le diamètre du tube.
6. Tube de mélange utilisable pour le mélange de composants fluides, caractérisé en ce qu'il présente une paroi dont la surface intérieure est munie d'un profil radial.
7. Tube de mélange utilisable pour le mélange de composants fluides, caractérisé en ce que sa surface intérieure présente une configuration en forme de pas de vis dont la hauteur de filet représente 0,25 à 0,75 fois environ le diamètre du tube et le pas représente 0,5 à 1,5 fois environ le diamètre du tube.
8. Tube de mélange selon la revendication 7, caractérisé en ce que la hauteur du filet représente 0,4 à 0,6 fois environ le diamètre du tube et le pas représente 0,9 à 1,1 fois environ le diamètre du tube.



9. Tube de mélange selon la revendication 6, caractérisé en ce que les angles formés par ce profil sont uniformément arrondis.
10. Dispositif de mélange utilisable pour des composants fluides dans un système d'analyse à écoulement continu, dans lequel des
- 5 échantillons de fluides passent successivement à travers une série d'appareillages d'essais, caractérisé en ce qu'il comprend un tube de verre, dans lequel un fil en forme d'hélice est en contact par sa circonférence externe avec la paroi intérieure de ce tube de verre, un revêtement d'émail vitreux couvrant ce fil et cette paroi du tube et fixant le fil sur le verre,
- 10 et permettant de former une surface hélicoïdale unie dont les coins sont arrondis et dont le pas représente 0,5 à 1,5 fois environ le diamètre du tube et la hauteur du filet représente 0,25 à 0,75 fois environ le diamètre intérieur du tube.
11. Dispositif de mélange selon la revendication 10, caracté-
- 15 risé en ce que le fil est un fil de Kovar.
12. Dispositif de mélange selon la revendication 10, caractérisé en ce que le pas de la surface hélicoïdale représente 0,9 à 1,1 fois environ le diamètre intérieur du tube, et la hauteur du filet représente 0,4 à 0,6 fois environ le diamètre intérieur du tube.
- 20 13. Tube de mélange selon la revendication 6, caractérisé en ce que ce tube est réalisé au moins partiellement en une matière plastique synthétique inerte vis-à-vis des produits à traiter.
14. Tube de mélange selon la revendication 6, caractérisé en ce que ce tube est réalisé au moins en partie en polytétrafluoroéthylène.

FIG. 13

FIG. 2

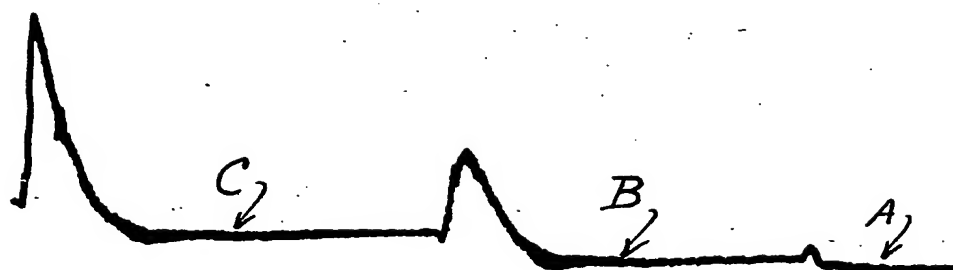


FIG. 5

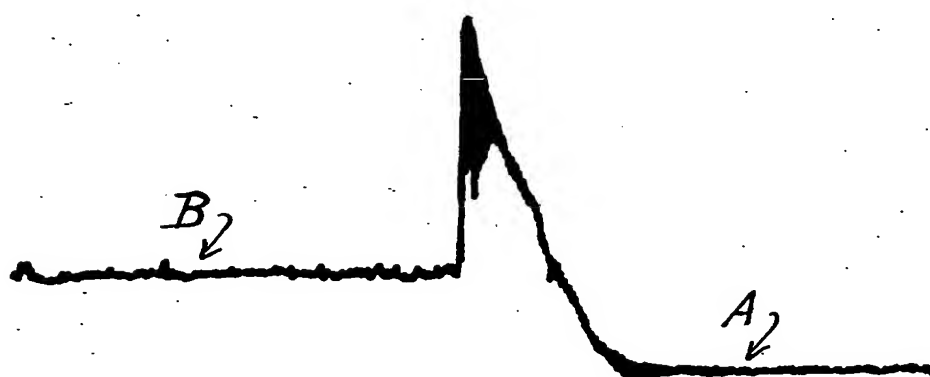


FIG. 3

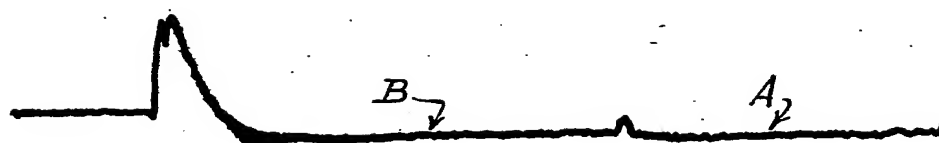


FIG. 4

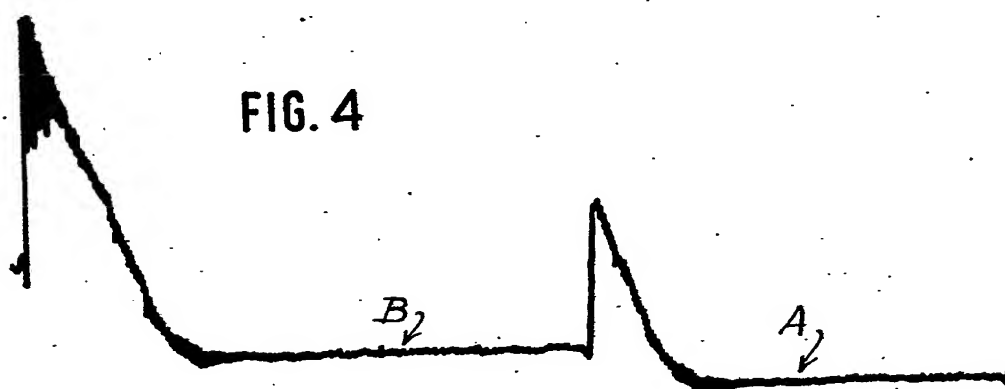


FIG. 6

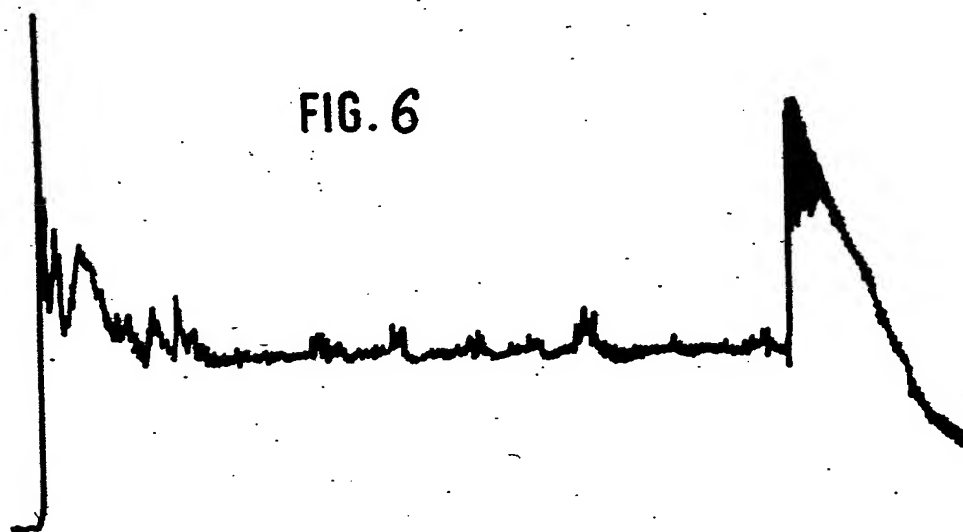


FIG. 7

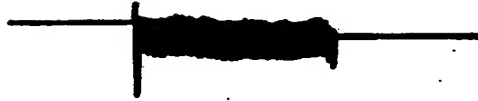


FIG. 8

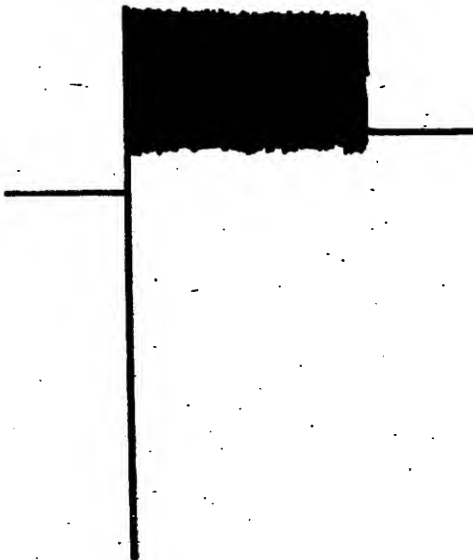


FIG. 9

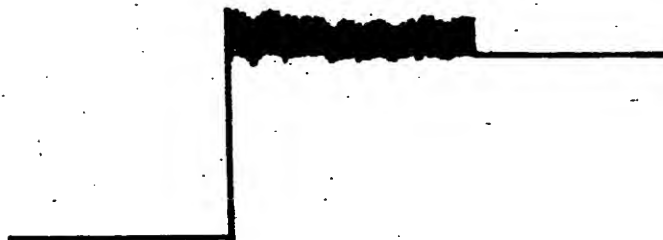


FIG. 10

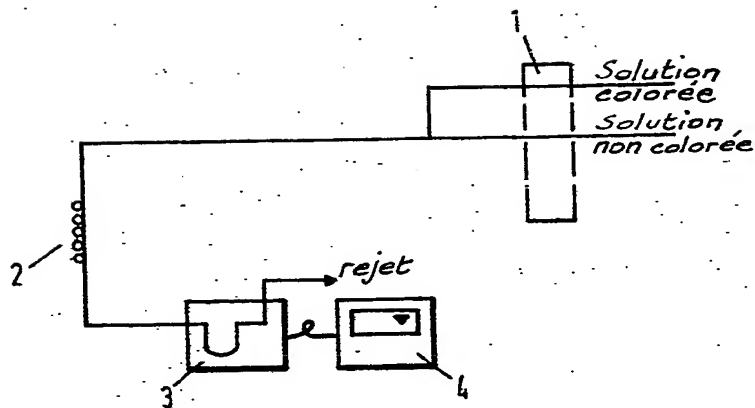


FIG. 21

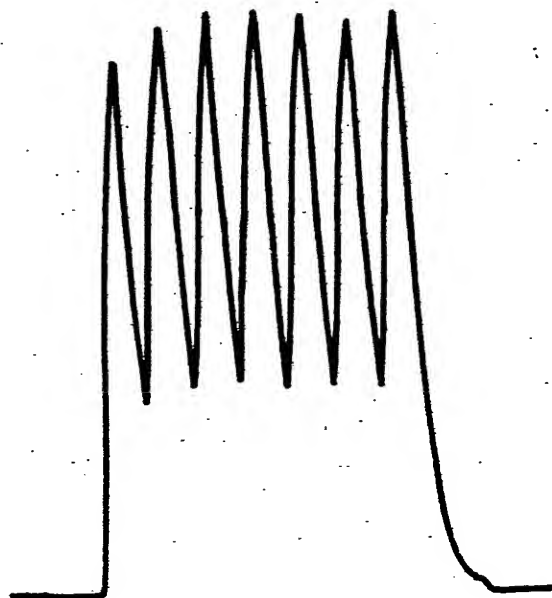


FIG. 20

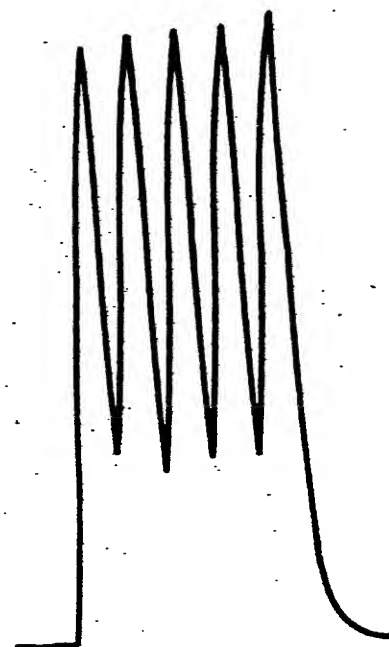


FIG. 11

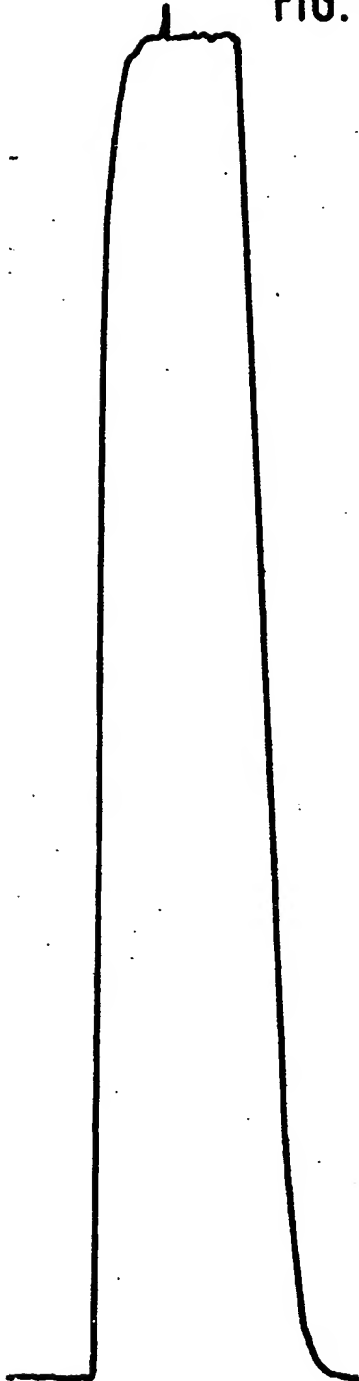


FIG. 12

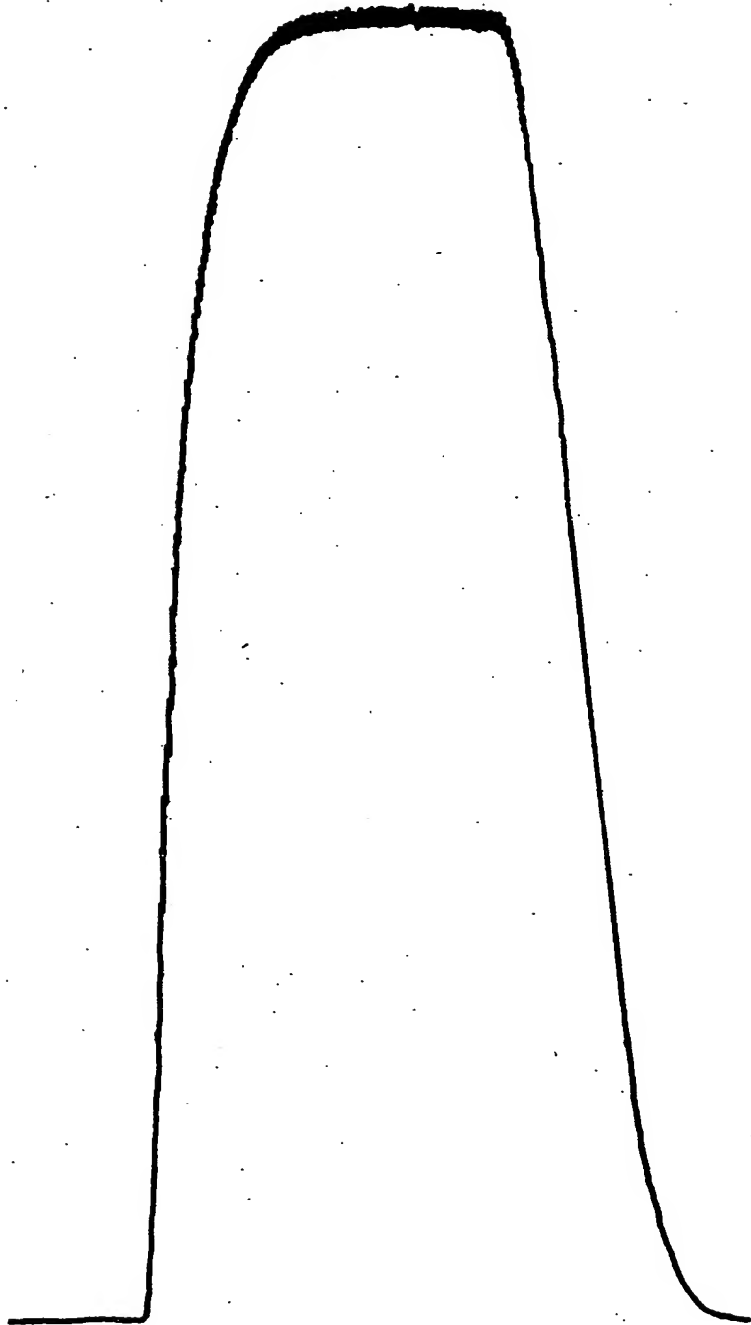


FIG.14

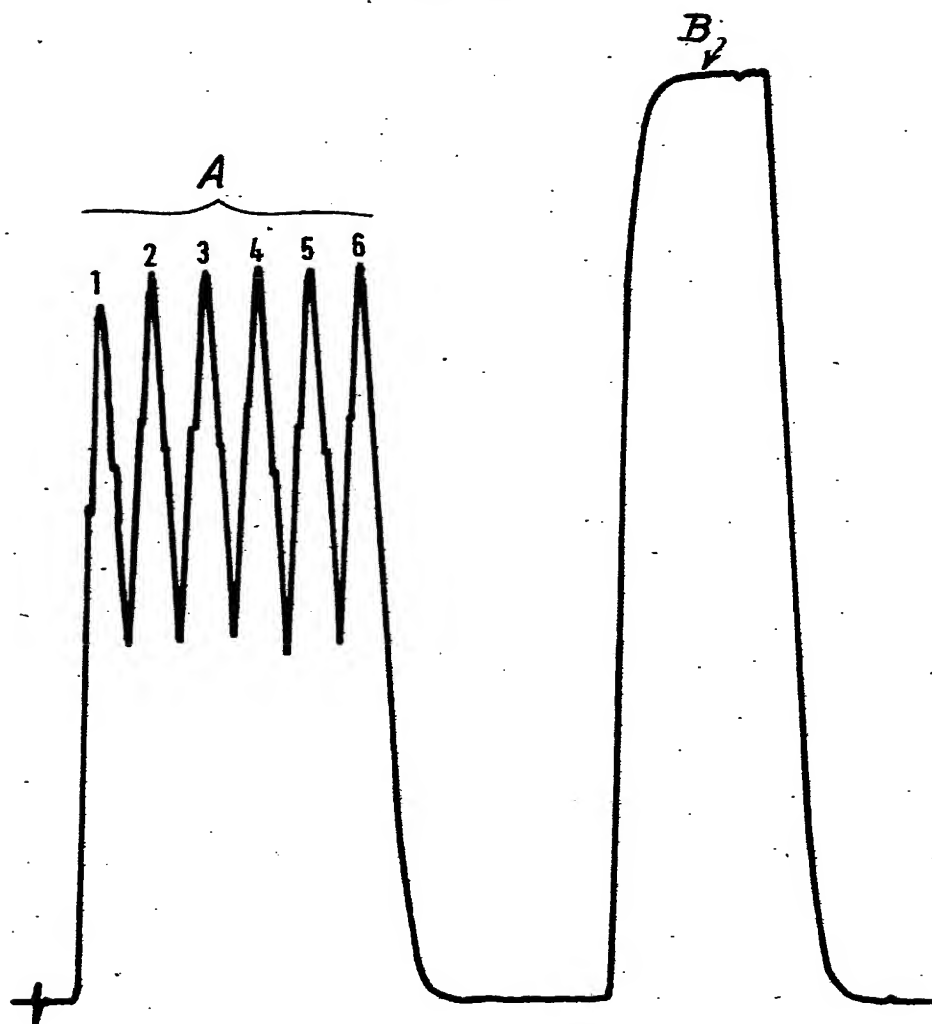




FIG. 15

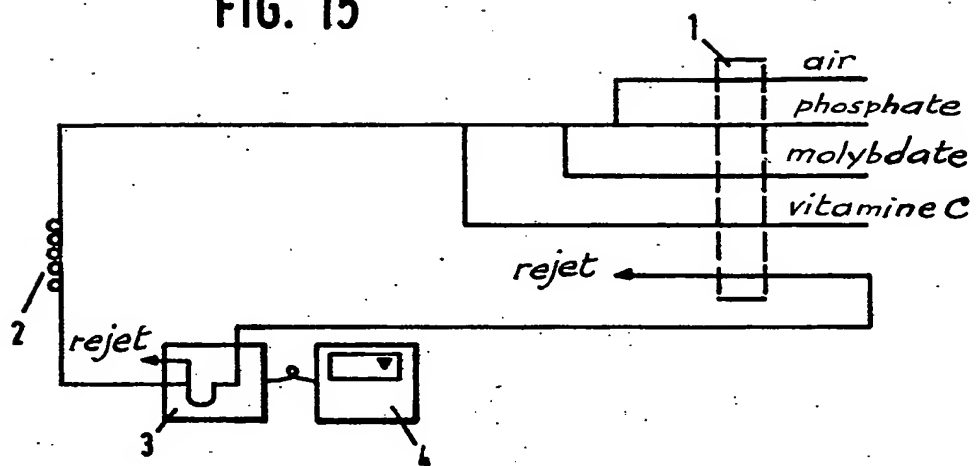


FIG. 16

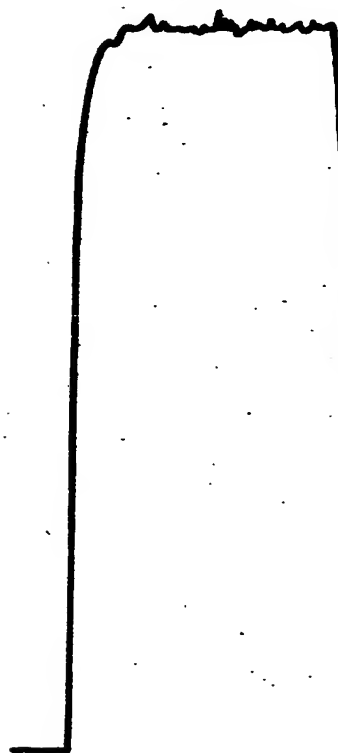


FIG. 17

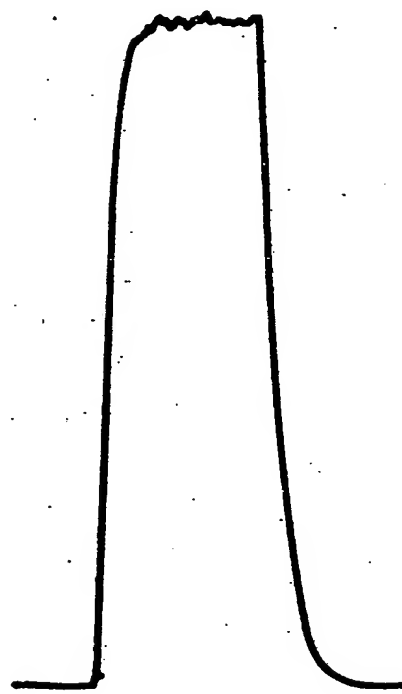


FIG. 18

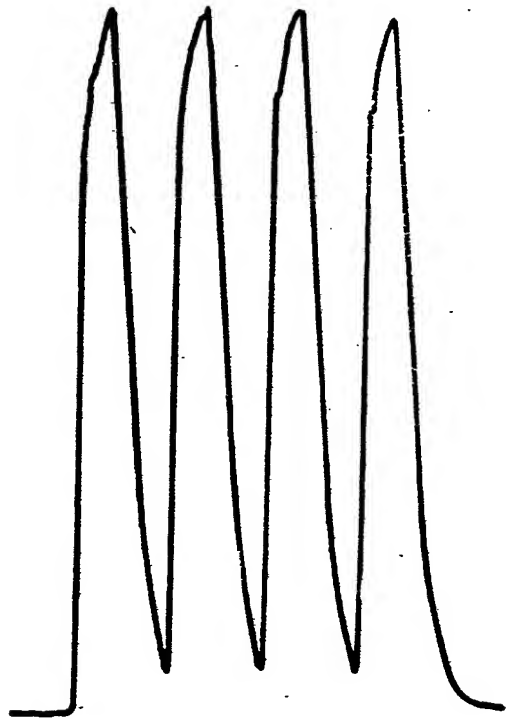


FIG. 19

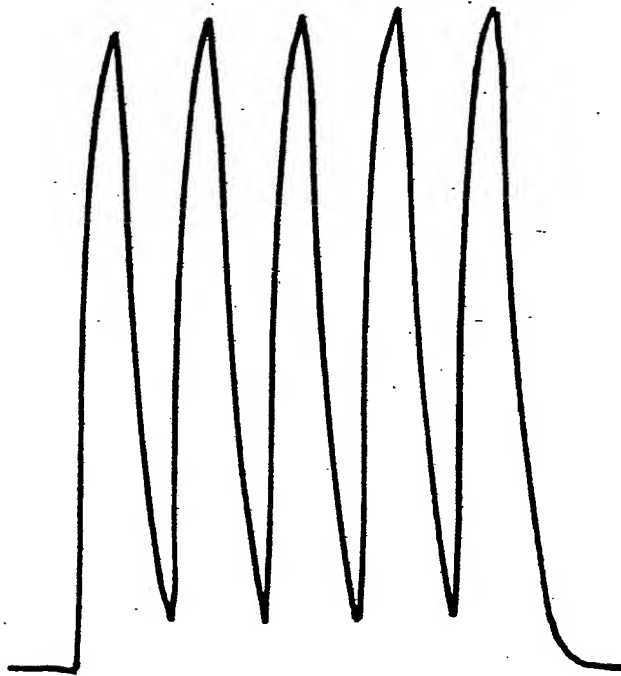


FIG. 22

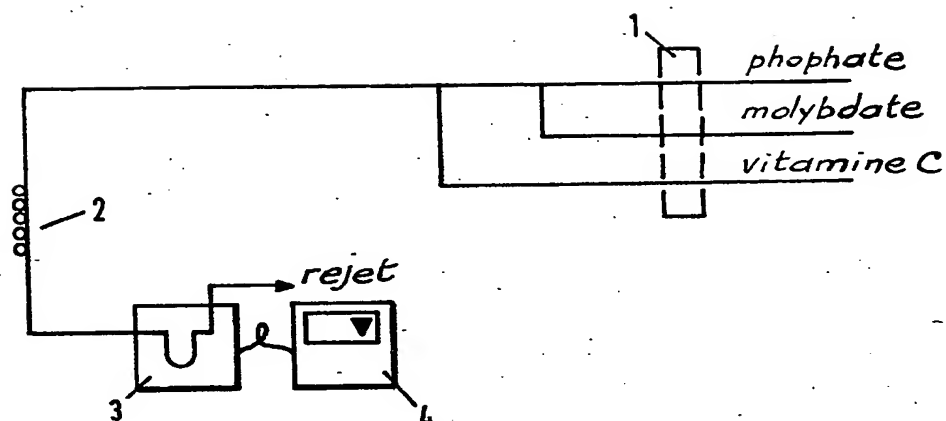


FIG. 24

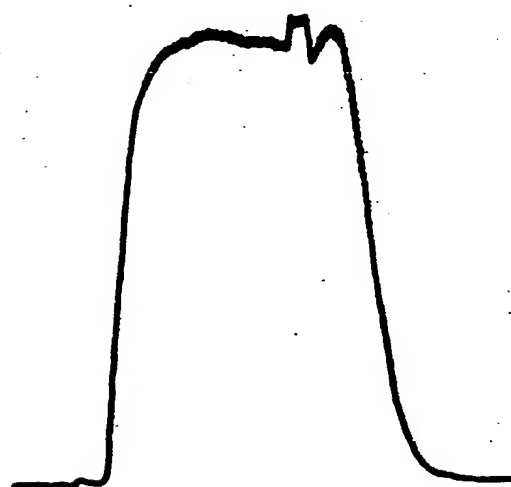


FIG. 23

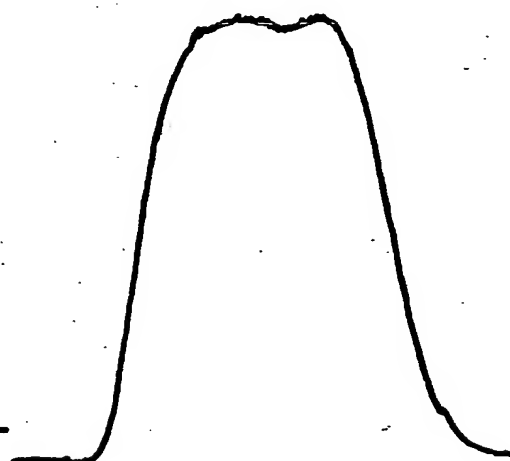


FIG. 26

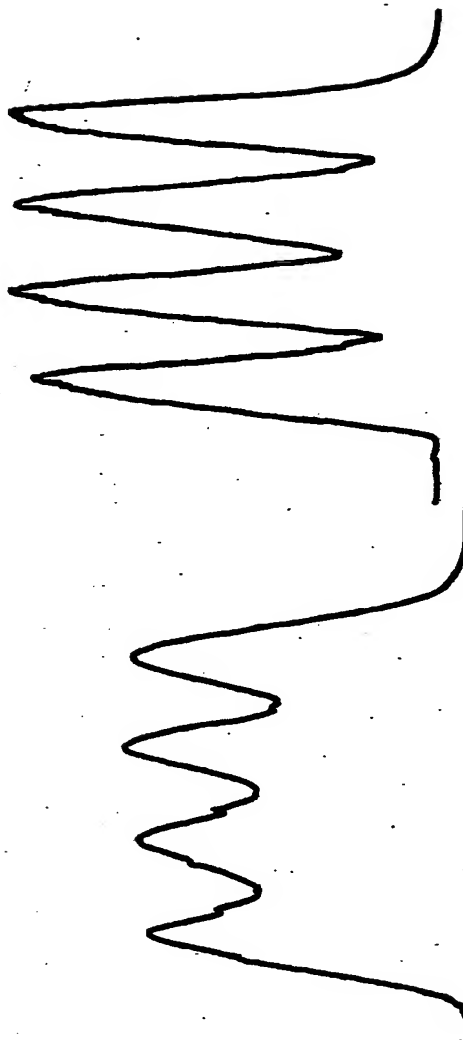


FIG. 25

—

FIG. 27

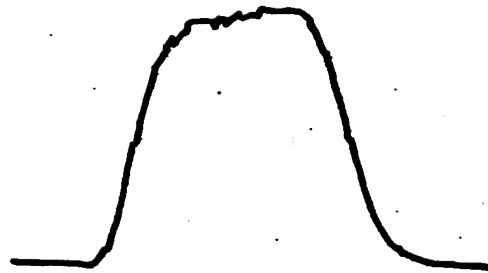


FIG. 28

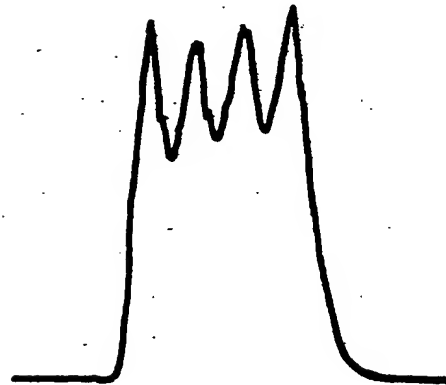


FIG. 29

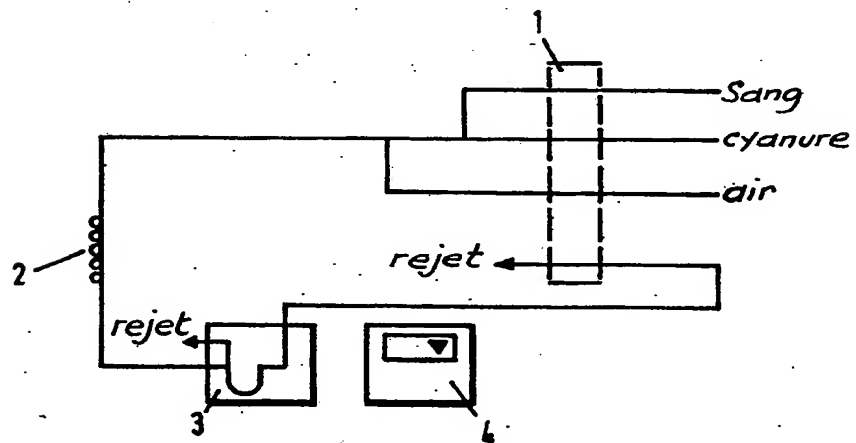


FIG. 30

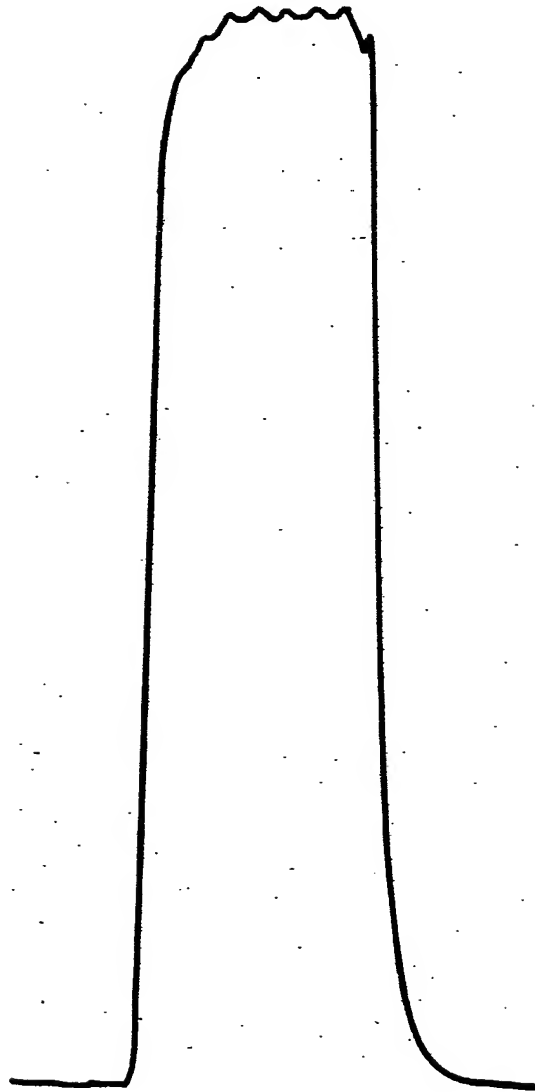


FIG. 31

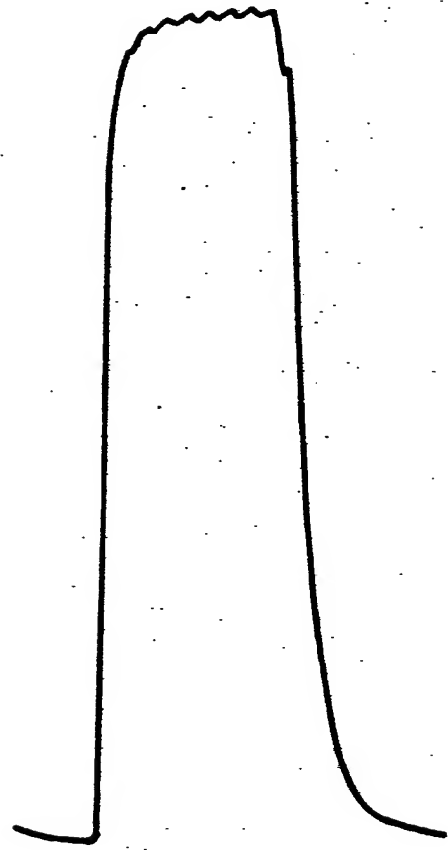


FIG.32

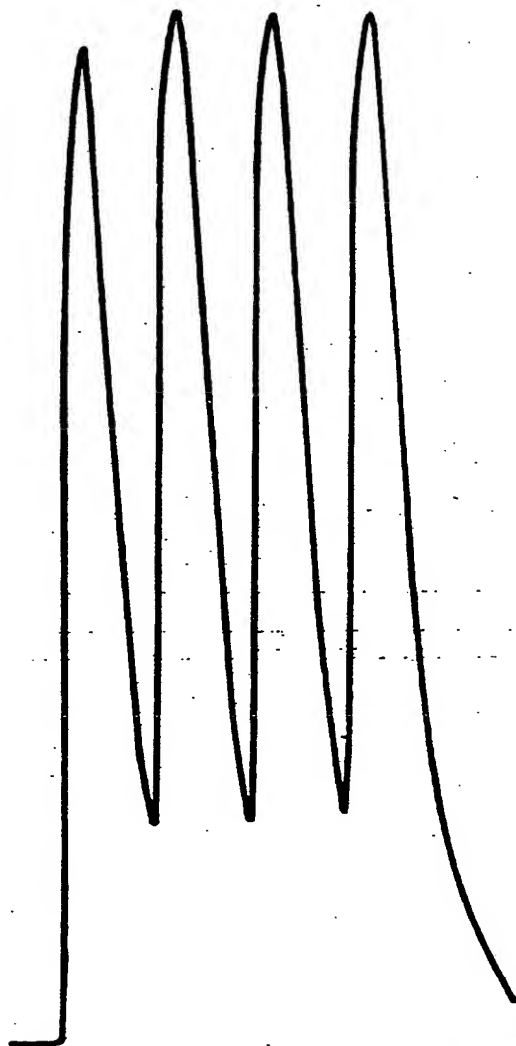


FIG.33

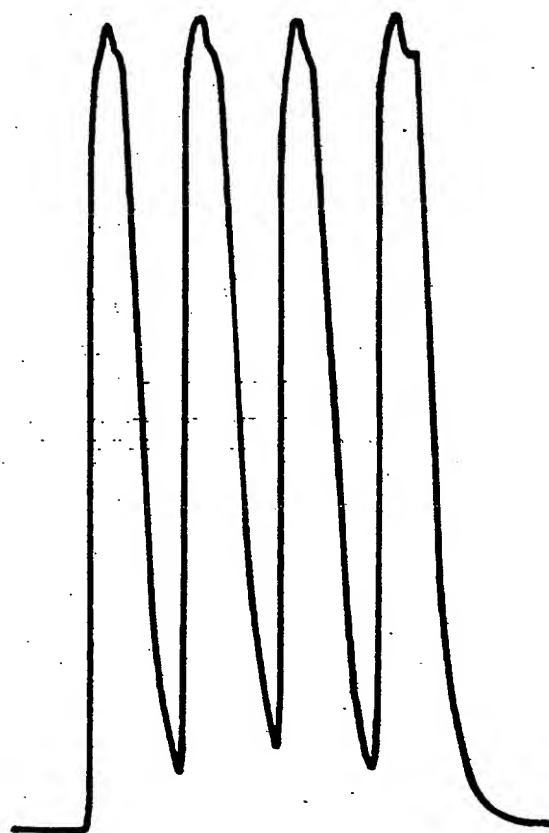


FIG. 34

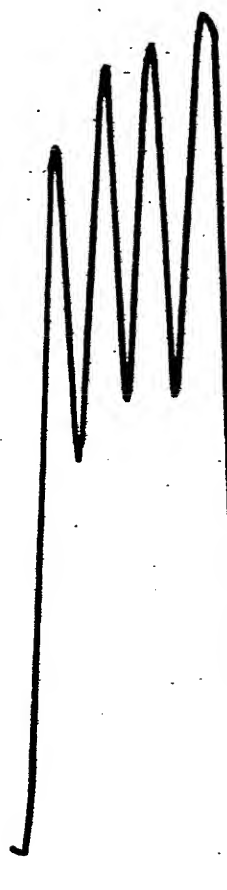


FIG. 35





FIG. 36

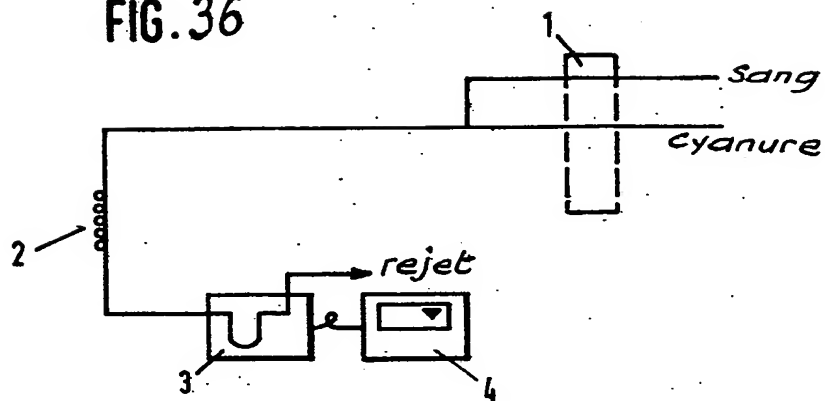


FIG. 41

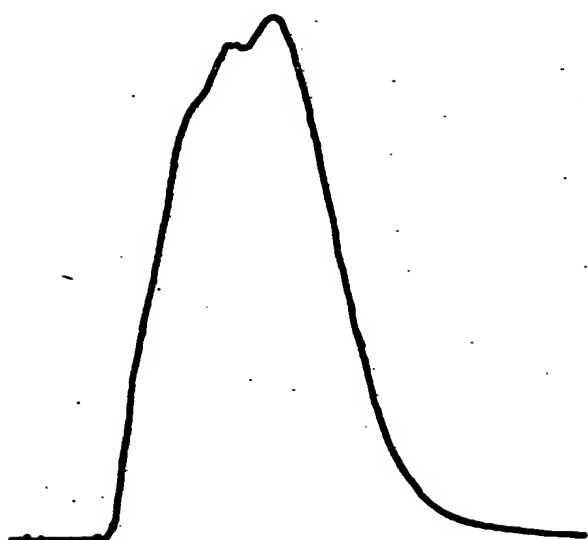


FIG. 42

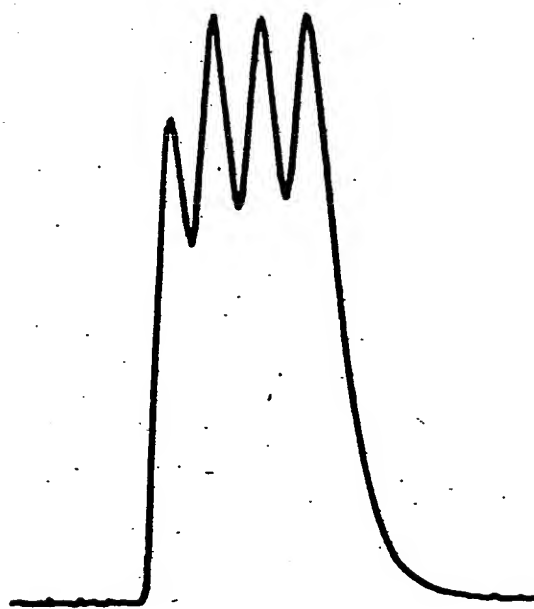


FIG. 38

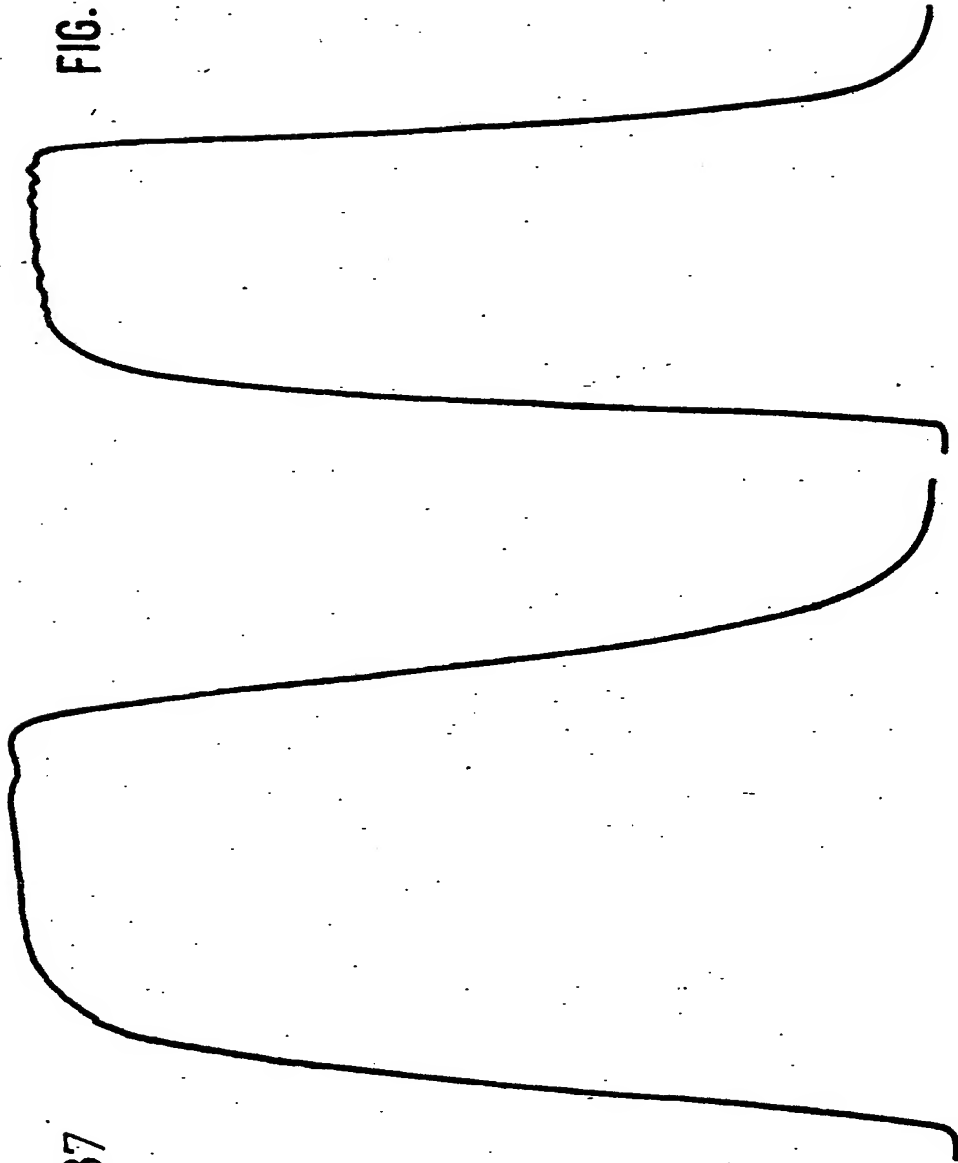


FIG. 37



FIG. 40

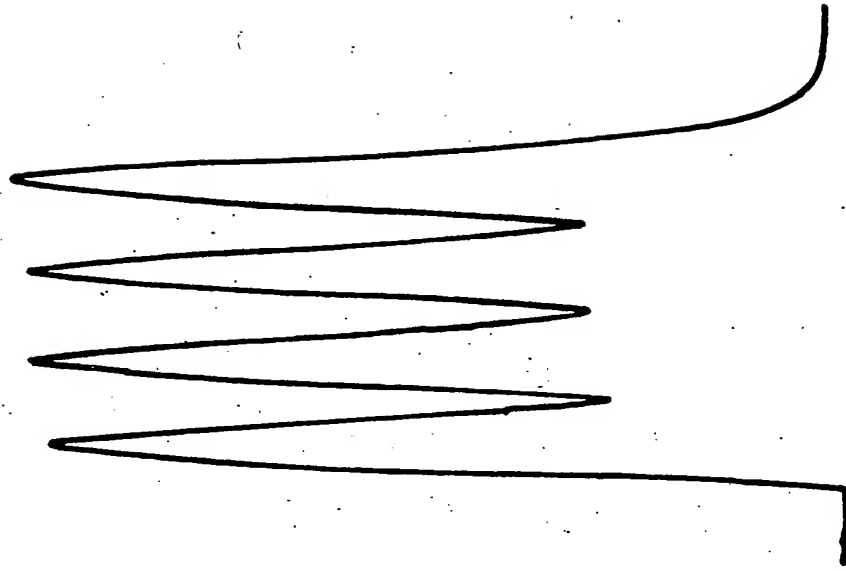


FIG. 39

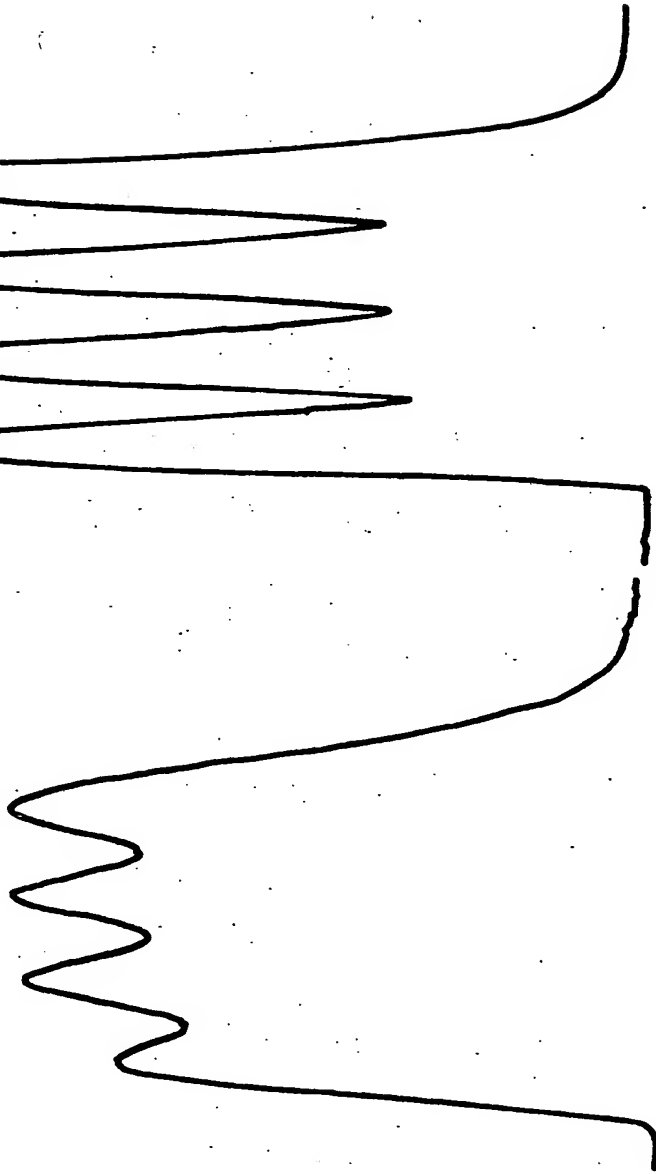


FIG.43

